

特 許 協 力 条 約

PCT

国際予備審査報告

(法第12条、法施行規則第56条)  
[PCT36条及びPCT規則70]

REC'D 02 SEP 2004

WIPO

PCT

出願人又は代理人 の書類記号 103177-WO-00	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知（様式PCT/ IPEA/416）を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO3/09705	国際出願日 (日.月.年) 30.07.2003	優先日 (日.月.年) 13.08.2002
国際特許分類 (IPC) Int. Cl. C04B 35/581		
出願人 (氏名又は名称) 住友電気工業株式会社		

1. 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条 (PCT36条) の規定に従い送付する。
2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で <u>3</u> ページからなる。  <input checked="" type="checkbox"/> この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面も添付されている。 (PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照) この附属書類は、全部で <u>28</u> ページである。
3. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。  I <input checked="" type="checkbox"/> 国際予備審査報告の基礎 II <input type="checkbox"/> 優先権 III <input type="checkbox"/> 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成 IV <input type="checkbox"/> 発明の単一性の欠如 V <input checked="" type="checkbox"/> PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明 VI <input type="checkbox"/> ある種の引用文献 VII <input type="checkbox"/> 国際出願の不備 VIII <input type="checkbox"/> 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 15.12.2003	国際予備審査報告を作成した日 10.08.2004	
名称及びあて先 日本国特許庁 (IPEA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区鍛冶が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員)  大橋 賢一  電話番号 03-3581-1101 内線 6791	4T 8825

## I. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に  
 応答するために提出された差し替え用紙は、この報告書において「出願時」とし、本報告書には添付しない。  
 PCT規則70.16, 70.17)

☐ 出願時の国際出願書類

- |                                     |            |   |                         |                    |                             |
|-------------------------------------|------------|---|-------------------------|--------------------|-----------------------------|
| <input checked="" type="checkbox"/> | 明細書        | 第 | 1, 3, 14, 16, 17, 22-24 | ページ、               | 出願時に提出されたもの                 |
|                                     | 明細書        | 第 |                         | ページ、               | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの        |
|                                     | 明細書        | 第 | 4-13, 15, 18-21, 25     | ページ、               | 19. 03. 2004 付の書簡と共に提出されたもの |
|                                     | 明細書        | 第 | 2, 26-33                | ページ、               | 14. 07. 2004 付の書簡と共に提出されたもの |
| <input checked="" type="checkbox"/> | 請求の範囲      | 第 |                         | 項、                 | 出願時に提出されたもの                 |
|                                     | 請求の範囲      | 第 |                         | 項、                 | PCT19条の規定に基づき補正されたもの        |
|                                     | 請求の範囲      | 第 |                         | 項、                 | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの        |
|                                     | 請求の範囲      | 第 | 1, 23-33                | 項、                 | 14. 07. 2004 付の書簡と共に提出されたもの |
| <input checked="" type="checkbox"/> | 図面         | 第 | 1-14                    | <del>ページ</del> /図、 | 出願時に提出されたもの                 |
|                                     | 図面         | 第 |                         | ページ/図、             | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの        |
|                                     | 図面         | 第 |                         | ページ/図、             | 付の書簡と共に提出されたもの              |
| <input type="checkbox"/>            | 明細書の配列表の部分 | 第 |                         | ページ、               | 出願時に提出されたもの                 |
|                                     | 明細書の配列表の部分 | 第 |                         | ページ、               | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの        |
|                                     | 明細書の配列表の部分 | 第 |                         | ページ、               | 付の書簡と共に提出されたもの              |

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である \_\_\_\_\_ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語  
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語  
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語

3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表  
☐ この国際出願と共に提出された磁気ディスクによる配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された磁気ディスクによる配列表  
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった  
☐ 書面による配列表に記載した配列と磁気ディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ  
☒ 請求の範囲 第 2-22 項  
☐ 図面 図面の第 \_\_\_\_\_ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならず、本報告に添付する。)

## V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条(PCT35条(2))に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

## 1. 見解

新規性 (N)	請求の範囲	1, 29-33	有 無
	請求の範囲	23-28	
進歩性 (IS)	請求の範囲	1, 29-33	有 無
	請求の範囲	23-28	
産業上の利用可能性 (IA)	請求の範囲	1, 23-33	有 無
	請求の範囲		

## 2. 文献及び説明 (PCT規則70.7)

文献1: JP 11-174875 A (住友電気工業株式会社) 1999.07.02  
 文献2: JP 2002-68849 A (住友電気工業株式会社) 2002.03.08  
 文献3: JP 1-282157 A (松下電工株式会社) 1989.11.14

## ○請求の範囲23-28

本願発明は、調査報告引用文献1記載のセラミックヒータ(=引用発明)と比較して、焼結体基板の「反りやうねり高さ(=平坦性)」を数値限定した点で一応相違する。

そこで検討するに、本願明細書(第4頁第3-8行、第19頁第8-14行)の記載によれば、前記平坦性は、基板に電極をスクリーン印刷するための適正值であり、厚めの焼結体を表面研磨することによっても容易に達成できるものと認められる。してみると、スクリーン印刷により製造されている引用発明においても、同程度の平坦性の基板を使用するものと解される。

したがって、本願発明は、引用発明と実質的に同一であり新規性・進歩性がない。

なお、「研磨代の大きさ」は、製造プロセス上の差異ではあるが、製造物上の差異にはならない。

## ○請求の範囲1, 29-33

調査報告引用文献2には、面積100cm<sup>2</sup>以上厚み1mm以下であるグリーンシートを、2mm以上の厚さの窒化ホウ素製治具上で焼成し、撓みを抑制すること、また、同引用文献3には、凹部が形成されたトレイ状治具にグリーンシートを収容して焼成し、大サイズのセラミック基板の反りを防止することが記載されている。

しかしながら、シート成形後の自然乾燥時間を10時間以上とすることや、成形体の焼成治具空間に対する体積比を20~60%とすることについて記載や示唆する公知文献はない。

一方、本願発明は、乾燥時間と体積比を前記範囲に設定することにより、焼結上がりの状態で、高い平坦性をもつ大面積基板を得たものと認められる。

したがって、本願発明は、新規性・進歩性がある。

った特性以外に、反りやうねりと言った特性についても管理された、より平坦な窒化アルミニウム基板が求められている。このような大面積で厚みの薄い窒化アルミニウム基板であって、反りやうねりが管理された平坦なものは、上述したような従来の製造方法により得ることは困難であり、従来存在していなかった。

5

## 発明の開示

この発明は、上記のような課題を解決するために成されたものであり、この発明の目的は、従来より大面積かつ厚みの薄い窒化アルミニウム焼結体であって、反りやうねりが管理された平坦な窒化アルミニウム焼結体およびその製造方法、  
10 さらにこの窒化アルミニウム焼結体を用いたメタライズ基板およびヒータを提供することである。

また、この発明のもう1つの目的は、上述した窒化アルミニウム焼結体の製造方法において用いる治具を提供することである。

この発明の1の局面に従った窒化アルミニウム焼結体は、最大長さが320mm以上、厚みが0mmを超え2mm以下、反りが $0\mu\text{m}/\text{mm}$ 以上 $1\mu\text{m}/\text{mm}$ 未満、局所的なうねり高さが $0\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下である。  
15

このように、大面積かつ反りやうねりの小さな窒化アルミニウム焼結体は、電子部品などの基板として用いるのに適している。すなわち、このようなサイズの大きな窒化アルミニウム焼結体からなる基板をメタライズ基板やヒータなどの電子部品の構成材料として用いれば、大面積のメタライズ基板やヒータを実現できる。  
20 また、サイズの小さなメタライズ基板やヒータを作成する場合、本発明による窒化アルミニウム焼結体からなる基板を分割することで、1つの基板からより多くのメタライズ基板やヒータを得ることができる。

さらに、上述のように本発明による窒化アルミニウム焼結体からなる基板はその平坦性が優れているので、例えば表面にメタライズ層や発熱体などをスクリーン印刷法を用いて形成する場合、基板の反りなどに起因してメタライズ層や発熱体の膜厚や形状がばらつくといった不良の発生確率を低減できる。したがって、品質の安定したメタライズ層や発熱体を形成できる。また、平坦性が優れているため、スクリーン印刷法を実施する際に、基板が割れたり、反った基板によりス  
25

できる。なお、窒化アルミニウム焼結体の厚みは好ましくは1.5 mm以下、より好ましくは1.0 mm以下である。

また、反りが $0\ \mu\text{m}/\text{mm}$ 以上 $2\ \mu\text{m}/\text{mm}$ 未満、局所的なうねり高さが $0\ \mu\text{m}$ 以上 $75\ \mu\text{m}$ 以下であれば、窒化アルミニウム基板において十分な平坦性を確保できる。したがって、上述のようなスクリーン印刷法における不良の発生を抑制できる。なお、反りの値は好ましくは $1.5\ \mu\text{m}/\text{mm}$ 未満、より好ましくは反りの値は $1.0\ \mu\text{m}/\text{mm}$ 未満である。また、うねり高さは好ましくは $50\ \mu\text{m}$ 以下である。

上記1の局面に従った窒化アルミニウム焼結体では、熱伝導率が $50\ \text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上 $250\ \text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以下であってもよい。

この場合、本発明による窒化アルミニウム焼結体をヒータの基板として用いる際、基板全体への適度な熱の拡散を実現できるとともに、ヒータを構成する発熱体（基板表面に形成された発熱体）からの熱が、基板上に形成された他の部材（電極部や制御回路など）に悪影響を与える危険性を低減できる。なお、窒化アルミニウム焼結体からなる基板の熱伝導率が $85\ \text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 未満である場合、窒化アルミニウム焼結体からなる基板の熱伝導率が小さすぎるため、基板全体への発熱体からの熱拡散が不十分となり、基板全体での熱の分布を均一にすることが難しくなる。また窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率が $105\ \text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ を超える場合、基板上に形成された電極部や制御回路などの周辺部品が発熱体からの熱により過剰に加熱されるおそれがある。このため、周辺部品が過加熱により損傷する危険性がある。

この発明の他の局面に従ったメタライズ基板は、基板とメタライズ層とを備える。基板は、上記1の局面に従った窒化アルミニウム焼結体であって形状が板状（シート状）である。メタライズ層は、基板の表面の少なくとも一部上に形成されている。また、メタライズ層は導電性を有する。

この発明の別の局面に従ったメタライズ基板は、窒化アルミニウム焼結体を含む基板とメタライズ層とを備える。基板は、最大長さが $320\ \text{mm}$ 以上、厚みが $0\ \text{mm}$ を超え $2\ \text{mm}$ 以下、局所的なうねり高さが $0\ \mu\text{m}$ 以上 $75\ \mu\text{m}$ 以下である。メタライズ層は、基板の表面の少なくとも一部上に形成されている。メタラ

イズ層は導電性を有する。上記別の局面に従ったメタライズ基板の反りは  $0\ \mu\text{m}/\text{mm}$  以上  $5\ \mu\text{m}/\text{mm}$  以下である。なお、メタライズ層は、金属を含んだ層でもよいが、他の導電性の物質からなる層であってもよい。

5 このようにすれば、従来より大型かつ平坦なメタライズ基板を得ることができる。したがって、本発明によるメタライズ基板を利用して大型の電子部品を形成できる。また、本発明によるメタライズ基板を分割して、比較的サイズの小さな電子部品を製造する場合、1つのメタライズ基板から得られる電子部品の数を多くできるので、電子部品の製造コストを低減できる。

10 なお、メタライズ基板を構成する窒化アルミニウム焼結体の最大長さが  $320\ \text{mm}$  以上であれば、従来より大型のメタライズ基板を得ることができる。また、基板の厚みが  $0\ \text{mm}$  を超え  $2\ \text{mm}$  以下であれば、メタライズ基板に用いる焼結体として適しているため、電子機器の基板やヒータの基板などとして優れた特性を発揮できる。また、局所的なうねり高さが  $0\ \mu\text{m}$  以上  $75\ \mu\text{m}$  以下、また、反りが  $0\ \mu\text{m}/\text{mm}$  以上  $5\ \mu\text{m}/\text{mm}$  未満であれば、メタライズ基板またはヒータを  
 15 機械的負荷（荷重）が加えられた状態で使用する場合においても基板が割れるといった事故の発生を低減できる。

20 なお、上記1の局面に従った窒化アルミニウム焼結体および上記別の局面に従ったメタライズ基板に含まれる基板を構成する窒化アルミニウム焼結体は、バインダと窒化アルミニウムとを含む原料混合物の成形体からバインダを除去する工程（脱バインダ工程）の前に、成形体を10時間以上自然乾燥する工程を実施した後、上記脱バインダ工程および焼結工程を行うことにより製造される。なお、自然乾燥する時間は、好ましくは20時間以上である。また、上記窒化アルミニウム焼結体は、窒化硼素を主成分とする治具により囲まれた空間内に、成形体を配置し、かつ、上記空間の体積に対する焼結前の上記成形体の体積の割合が1  
 25 0%以上70%以下である状態で焼結される。

この発明のもう1つの局面に従ったヒータは、上記他の局面または上記別の局面に従ったメタライズ基板と電極部と絶縁層とを備える。電極部は、メタライズ基板を構成する基板の表面上に配置され、メタライズ層と接続されている。絶縁層はメタライズ層上に配置されている。メタライズ層は、電極部から電流を供給

されることにより発熱する発熱体として作用する。

このようにすれば、本発明によるメタライズ基板を利用して従来より大型かつ平坦なヒータを得ることができる。また、本発明によるヒータを分割して、比較的サイズの小さなヒータを製造することもできる。この場合、1つのメタライズ基板から得られるヒータの数を多くできるので、ヒータの製造コストを低減できる。

この発明のその他の局面に従った窒化アルミニウム焼結体の製造方法では、バインダと主原料である窒化アルミニウムとを含む原料を準備する工程と、上記原料を用いてシート状の成形体を形成する工程と、その成形体を10時間以上自然乾燥する乾燥工程と、乾燥工程を実施した成形体からバインダを除去する工程と、バインダが除去された成形体を焼結する焼結工程とを含む。

このようにすれば、成形体を形成する工程とバインダを除去する工程（脱バインダ工程）との間に、乾燥工程を実施しているので、この乾燥工程により、成形体から溶剤および水分などが比較的低速度で、成形体全体から十分に揮発する。そのため、溶剤や水分の揮発に伴い、成形体はその全体がほぼ均一に収縮する。この結果、成形体内部において、溶剤や水分などの揮発にともなう歪みや内部応力の発生を抑制できる。したがって、後工程である脱バインダ工程や焼結工程において、成形体や焼結体に反りやうねりと言った変形が発生することを抑制できる。

なお、乾燥工程における自然乾燥時間が10時間以上であれば、成形体の全体から水分などを均一かつ相対的にゆっくりした速度で十分に揮発させることができる。

上記その他の局面に従った窒化アルミニウム焼結体の製造方法において、焼結工程は、窒化硼素を主成分とする治具により囲まれた空間内に成形体を配置した状態で、成形体を焼結することを含んでいてもよい。また、上記治具により囲まれた空間の体積に対する、焼結前の成形体の体積の割合が10%以上70%以下である。好ましくは、20%以上60%以下である。

この場合、治具により囲まれた（ほぼ閉じた）空間内に成形体を配置した状態で焼結を行なうので、焼結の際、成形体の近傍において雰囲気ガスの局所的な流

れなどが起きる危険性を低減できる。このため、雰囲気ガスの状態により成形体（焼結体）の形状が影響を受ける（変形する）危険性を低減できる。

また、上記治具により囲まれた空間の体積（成形体が配置される領域の体積）に対する成形体の体積の割合が上述のような範囲であれば、焼結工程において、

- 5 成形体の周囲の雰囲気ガスの成分の分圧（たとえば、雰囲気ガスに窒素（ $N_2$ ）や炭素（CO、 $CO_2$ など）が含まれる場合、窒素および炭素を含むガスの分圧）を適正化することができる。このため、雰囲気ガスの成分により焼結体の形状が影響を受ける（反りやうねりが発生する）危険性を低減できる。

- 10 この発明のまた別の局面に従った窒化アルミニウム焼結体の製造方法では、シート状であって、窒化アルミニウムを主成分とする成形体を準備し、窒化硼素を主成分とする治具により囲まれた空間内に1つの成形体を配置した状態で、成形体を焼結する。

- 15 この場合、治具により囲まれた（ほぼ閉じた）空間内に成形体を配置した状態で焼結を行なうので、焼結の際、治具の外部から成形体の近傍への雰囲気ガスの過度の流入を低減できる。このため、雰囲気ガスの状態により成形体（焼結体）の形状が影響を受ける（変形する）危険性を低減できる。

- 20 また、治具により囲まれた、ほぼ閉じた空間に1つの成形体を配置して焼結するので、複数の成形体を積層して焼結する場合のように、積層された他の成形体が存在することに起因した、焼結時の収縮等の成形体同士の相互作用による形状の変化といった問題の発生確率を低減できる。

上記また別の局面に従った窒化アルミニウム焼結体の製造方法において、治具により囲まれた空間の体積に対する、焼結前の成形体の体積の割合は10%以上70%以下である。

- 25 この場合、上記治具により囲まれた空間の体積（成形体が配置される領域の体積）に対する成形体の体積の割合が上述のような範囲であれば、焼結工程において、成形体の周囲の雰囲気ガスの成分の分圧を適正化することができる。このため、雰囲気ガスの成分により焼結体の形状が影響を受ける危険性を低減できる。

なお、上記その他の局面またはまた別の局面に従った窒化アルミニウム焼結体の製造方法では、治具により囲まれた空間の体積に対する、焼結前の成形体の体



積の割合は20%以上60%以下とすることが好ましい。

上記その他の局面またはまた別の局面に従った窒化アルミニウム焼結体の製造方法において、上記治具は、平板状の基体の上部表面に、成形体を配置するための凹部が形成されたものであってもよい。焼結工程では、複数の治具の凹部のそれぞれに成形体を1つずつ配置した上で、複数の治具を積層した状態で焼結を行ってもよい。

この場合、複数の治具の凹部にそれぞれ1つずつ成形体を配置して、この治具を積層することにより、1つの治具の凹部の壁面と、この1つの治具の上に積層された他の治具の底壁とにより囲まれた空間（ほぼ閉じた空間）に、成形体を配置することができる。また、このような複数の治具を積層して用いることにより、個々の成形体をほぼ閉じた空間に配置した状態で、一度に焼結することができる。したがって、窒化アルミニウム焼結体の製造工程の効率を向上させることができる。

また、治具の凹部の形状や深さを、成形体のサイズに合わせて適宜変更すること  
で、上述した治具により囲まれた空間（閉じた空間）の体積に対する、焼結前の成形体の体積の割合を任意に変更することができる。

上記その他の局面またはまた別の局面に従った窒化アルミニウム焼結体の製造方法において、焼結工程では、複数の治具を積層した積層体をモリブデン（Mo）、タングステン（W）等の金属製のケースの内部に収納した状態で焼結を行ってもよい。

この場合、焼結の際に成形体の周囲の空間に、治具の外部から雰囲気ガスが過度に流入する危険性をより確実に低減できる。したがって、この雰囲気ガスの過度の流入に起因した窒化アルミニウム焼結体に反りなどの変形が起きる可能性を低減できる。

この発明のその他の局面に従った治具は、窒化アルミニウム焼結体を製造するための焼結工程において用いる治具であって、窒化硼素を含む基体を備える。基体は、平板状の形状を有し、表面に窒化アルミニウム焼結体となるべき成形体を配置する凹部が形成されている。凹部の体積に対する成形体の体積の割合が10%以上70%以下となるように、凹部の寸法は決定されている。

このような治具を用いることにより、本発明による上記その他の局面またはまた別の局面に従った窒化アルミニウム焼結体の製造方法における焼結工程を容易に行うことができる。つまり、複数の上記治具を準備し、この治具の凹部のそれぞれに成形体を1つずつ配置した上で、複数の治具を積層して焼結を行なうこと

5 により、この治具で囲まれた空間（1つの治具の凹部の壁面と、この治具の上に積層された他の治具の底壁とにより囲まれた空間）に成形体を配置した状態で成形体の焼結を行なうことができる。

また、治具の凹部の平面形状や深さを適宜変更することで、上記空間の体積と成形体の体積との割合を任意に変更できる。

- 10 また、上記空間の体積に対する成形体の体積の割合が上述のような範囲であれば、焼結工程において、成形体の周囲の雰囲気ガスの成分の分圧を適正化することができる。

#### 図面の簡単な説明

- 15 図1は、本発明による窒化アルミニウム焼結体の実施の形態1を示す斜視模式図である。

図2は、図1に示した窒化アルミニウム焼結体におけるうねり高さを説明するための断面模式図である。

- 20 図3は、図1に示した窒化アルミニウム焼結体の反りを説明するための斜視模式図である。

図4は、図1に示した窒化アルミニウム焼結体の製造方法を説明するためのフローチャートを示す図である。

図5は、図4に示した焼結工程において用いる治具の斜視模式図である。

- 25 図6は、焼結される前の成形体を治具の凹部に搭載した状態を示す平面模式図である。

図7は、図6に示した成形体が搭載された治具を積層する状態を示す斜視模式図である。

図8は、図7に示すように治具を複数個積層することによって形成された治具の積層体の断面模式図である。

図 9 は、図 8 に示した治具の積層体のうちの 1 つの治具についての拡大断面模式図である。

図 10 は、図 8 に示したような治具の積層体をメタルケースに収納した状態を説明するための斜視模式図である。

5 図 11 は、本発明によるメタライズ基板を示す断面模式図である。

図 12 は、本発明によるヒータを示す平面模式図である。

図 13 は、図 12 の線分 X I I I - X I I I における断面模式図である。

図 14 は、各試料（基板）の表面に発熱体および電極部を形成するために用いたスクリーン印刷法を説明するための断面模式図である。

10

発明を実施するための最良の形態

以下、図面に基づいて本発明の実施の形態を説明する。なお、以下の図面において同一または相当する部分には同一の参照番号を付しその説明は繰返さない。

（実施の形態 1）

15 図 1 は、本発明の窒化アルミニウム焼結体の実施の形態 1 を示す斜視模式図である。図 2 は、図 1 に示した窒化アルミニウム焼結体におけるうねり高さを説明するための断面模式図である。図 3 は、図 1 に示した窒化アルミニウム焼結体の反りを説明するための斜視模式図である。図 1 ～図 3 を参照して、本発明による窒化アルミニウム焼結体の実施の形態 1 を説明する。

20 図 1 に示すように、本発明による窒化アルミニウム焼結体 1 は、長さ L、幅 W および厚み T を有する、平面形状が四角形状である。焼結体 1 における最大長さ ML は、焼結体（以下基板ともいう）の上部表面における対角線の長さに対応する。

25 基板 1 の最大長さ ML は 320 mm 以上となっている。このようにすれば、従来より大型の電子機器用基板やメタライズ基板を実現できる。最大長さ ML は、好ましくは 350 mm 以上であり、さらに好ましくは 450 mm 以上である。また、基板 1 の厚み T は 0 mm 超え 2 mm 以下である。このようにすれば、本発明による基板 1 をヒータなどの基板として容易に適用できる。なお、厚み T は、好ましくは 1.5 mm 以下であり、より好ましくは 1.0 mm 以下である。

また、図1に示した基板1におけるうねり高さ（以下、うねりとも言う）は0  $\mu\text{m}$ 以上75  $\mu\text{m}$ 以下である。好ましくは50  $\mu\text{m}$ 以下である。ここで、うねり高さは、図2に示すように、基板1の表面において局所的に凸形状となっている凸部2（表面側へとうねって突出した形状となっている部分）について、凸部2以外の基板表面部3から凸部2の最も高くなった部分までの高さHであって、  
5 基板1の表面の複数箇所について、その表面の変位を測定したうちの最も大きな凸部2における高さH（最も大きな高さH）をいう。うねり高さは、基板1の表面の変位をレーザ変位計や触針式変位計などで測定することにより容易に測定できる。

- 10 また、基板1において、反りは0  $\mu\text{m}/\text{mm}$ 以上2  $\mu\text{m}/\text{mm}$ 未満である。反りの値は、好ましくは1.5  $\mu\text{m}/\text{mm}$ 未満であり、より好ましくは1.0  $\mu\text{m}/\text{mm}$ 未満である。ここで、反りの値は以下のようにして求める。すなわち、図3に示すように、レーザ変位計や触針式変位計により矢印4a～4dに示したような経路について基板1の表面の変位を測定する。そして、この測定結果から、  
15 基板1の表面の最も低くなった部分と最も高くなった部分との間の差を求める。さらに、この差の値を基板1の最大長さML（図1参照）で割る。この結果、基板1の反りの値を得る。

- 以上のように、本発明による窒化アルミニウム焼結体は大面積を有するとともに優れた平坦性を備える。ここで、レーザプリンタや複写機のヒータなどの電子部品を構成する基板として基板1を適用する場合を考える。ヒータの発熱体や電極などをスクリーン印刷法を用いて基板1の表面に形成する場合、基板1に反りなどが発生していると、正常に発熱体などを基板1の表面に形成できない場合がある。しかし、本発明による基板1を用いれば、基板1が優れた平坦性を備えるため、スクリーン印刷法により正確に発熱体となるべき導電性ペーストなどを基板1の表面に転写できる。そのため、発熱体などの形成不良といった問題の発生を抑制できる。  
25

また、スクリーン印刷法を行なう際に基板1が反っていると、基板1の割れ、あるいはスクリーンの損傷といった問題が発生するおそれがある。しかし、本発明による基板1を用いることでこのような問題の発生を抑制することができる。

この結果、ヒータなどの製造コストを低減することができる。

また、本発明による窒化アルミニウム焼結体を用いれば、大面積のメタライズ基板やヒータを容易に実現できる。なお、その平面形状は、図1に示したような四角形状以外のどのような形状であってもよい。また、本発明による窒化アルミニウム焼結体の形状として、棒状の形状を採用してもよい。

また、図1に示した本発明による焼結体1がヒータとして使われる場合には、熱伝導率が $85\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上 $105\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以下である。このようにすれば、前述の理由から基板1全体への熱拡散を充分速くすることができるとともに、ヒータを構成する発熱体への電流を供給する電極部などがヒータの熱によって損傷を受けるといった問題の発生を抑制できる。

また、焼結体1の表面粗さは $R_a$ で $1.0\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、より好ましくは $R_a$ で $0.4\text{ }\mu\text{m}$ 以下である。このようにすれば、基板1の表面にヒータを構成する発熱体、あるいはメタライズ層などを形成する際、発熱体やメタライズ層と基板1の表面との間の密着性を向上させることができる。

また、焼結体1の抗折強度は、三点曲げ強度で $200\text{ MPa}$ 以上であることが好ましい。このようにすれば、基板1の表面にメタライズ層などを形成する処理を行なう場合や、メタライズ基板またはヒータを機械的負荷（荷重）が加えられた状態で使用する場合においても焼結体が割れるといった事故の発生確率を低減できる。

次に、図4～図10を参照して、図1に示した窒化アルミニウム焼結体の製造方法を説明する。図4は、図1に示した基板の製造方法を説明するためのフローチャートを示す図である。図5は、図4に示した焼結工程において用いる治具の斜視模式図である。図6は、焼結される前の成形体を治具の凹部に搭載した状態を示す平面模式図である。図7は、図6に示した成形体が搭載された治具を積層する状態を示す斜視模式図である。図8は、図7に示すように治具を複数個積層することによって形成された治具の積層体の断面模式図である。図9は、図8に示した治具の積層体のうちの1つの治具についての拡大断面模式図である。図10は、図8に示したような治具の積層体をメタルケースに収納した状態を説明するための斜視模式図である。

図4に示すように、図1に示した基板1の製造方法では、まず原料準備工程（S100）を実施する。原料準備工程（S100）においては、基板1を構成する主原料である窒化アルミニウムの粉末、さらに助剤（焼結助剤）やバインダーなど必要な原料を準備する。窒化アルミニウムの粉末としては、市販の窒化アルミニウム粉末を利用できる。たとえば、原料として用いる窒化アルミニウム粉末の平均粒径は0.1  $\mu\text{m}$ 以上5  $\mu\text{m}$ 以下であってもよい。また、原料としての窒化アルミニウム粉末の酸素含有率は0.1%以上2.0%以下であってもよい。

次に、混合工程（S 2 0 0）（図 4 参照）を実施する。この混合工程（S 2 0 0）では、上述した原料と助剤、溶媒、可塑剤さらには分散剤などを混合してスラリー等の原料混合物を作製する。混合方法としては、一般的な混合方法（たとえば、ボールミル混合など）を用いることができる。上述した原料準備工程（S 1 0 0）および混合工程（S 2 0 0）が、原料を準備する工程に対応する。

次に、成形工程（S 3 0 0）（図 4 参照）を実施する。シート状の成形体を形成する工程あるいは成形体を準備する工程としての成形工程（S 3 0 0）においては、基板 1（図 1 参照）となるべきシート状の成形体を作製する。ここで、成形体の作成方法としては、ドクターブレード法、押出法、ロールコンパクション法などの一般的なシート成形法を用いることができる。

次に、作製した成形体を表面が平坦なステンレス鋼製のメッシュトレイ上に搭載して自然乾燥させる乾燥工程（S 4 0 0、図 4 参照）を実施する。ここで乾燥工程における自然乾燥を行なう時間は 1 0 時間以上である。なお、好ましくは 2 0 時間以上である。また、自然乾燥を行なう際の雰囲気条件としては、雰囲気温度が 0℃以上 4 0℃以下、より好ましくは 1 5℃以上 2 5℃以下である。

このようにすれば、成形体に含まれる溶剤や水分が、比較的低い速度で成形体全体から十分に揮発する。この結果、成形体の乾燥に伴う収縮を、成形体全体において均一化することができる。したがって、シート状の成形体内において歪みの発生がほとんどないので、後工程である脱バインダ工程（S 5 0 0）（図 4 参照）および焼結工程（S 6 0 0）（図 4 参照）において、成形体や焼結後の基板に反りやうねりが発生する危険性を低減できる。

次に、脱バインダ工程（S 5 0 0、図 4 参照）を実施する。自然乾燥させた成形体を、後述する焼結工程（S 6 0 0）において用いる治具 5（図 5 参照）の凹部 6（図 5 参照）に 1 枚ずつ搭載した状態で、所定時間加熱する。この結果、成形体からバインダを揮発させて除去できる。加熱条件としては、加熱温度を 4 0 0℃以上 9 0 0℃以下とし、加熱時間を 5 時間以上 2 0 0 時間以下とすることができる。

参照) の外部の空間からほぼ隔離された閉ざされた空間 (閉空間) とすることにより、焼結の際の雰囲気ガス (たとえば窒素ガス) が焼結工程中に治具の積層体 7 の外部から空間 8 の内部へ過度に流れ込むことを抑制できる。この結果、雰囲気ガスの流れが成形体 2 2 の形状に影響を及ぼす危険性を低減できる。また、ほぼ閉ざされた空間である空間 8 の体積に対する成形体 2 2 の体積の割合を上述の  
5 ような範囲とすることにより、空間 8 内部の雰囲気ガスにおける成分間の分圧 (たとえば窒素と炭素を含むガスの分圧) を適正化することができる。この結果、焼結することによって得られる基板 1 (図 1 参照) における反りやうねり高さを小さくすることができる。

- 10 そして、図 1 0 に示すように、治具 5 a ~ 5 k、5 m ~ 5 p を積層した治具の積層体は、金属製のケースとしてのメタルケース 1 1 の内部に収納される。ここで、メタルケース 1 1 は、メタルケース本体 9 と蓋 1 0 とからなる。治具の積層体はメタルケース本体 9 の内部へと挿入される。さらに、メタルケース本体 9 の内部に治具 5 a ~ 5 k、5 m ~ 5 p の積層体を挿入した開口部を塞ぐように、メ  
15 タルケースの蓋 1 0 を配置する。このメタルケース 1 1 を構成する材料としては、たとえばモリブデン (Mo) を用いることができる。

- そして、このようなメタルケースを加熱炉の内部に配置した状態で、成形体 2 2 (図 8 参照) の焼結を行なう。この結果、成形体 2 2 (図 8 参照) の周囲に雰囲気ガスが過度に流入する危険性をより低減できる。そのため、ほとんど反りな  
20 どの発生しない状態で、成形体 2 2 を焼結することができる。

- また、上述したように本発明における窒化アルミニウム焼結体 1 の厚みは 2 mm 以下としているが、このような製造方法を適用することによって、その厚み T (図 1 参照) を 1 mm 以下としてもほとんど反りが発生しない。一般に、基板の厚み T が薄いほど基板 1 において反りが発生しやすくなるが、本発明によれば、  
25 このような反りの発生を抑制することができる。

次に、図 4 に示すように研磨工程 (S 7 0 0) を実施する。この研磨工程 (S 7 0 0) においては、窒化アルミニウム焼結体の表面を所定の厚みだけ研磨することにより除去する。このようにして、図 1 に示したような基板 1 を得ることができる。



なお、研磨工程（S 7 0 0）における基板の表面研磨代（削り代）は一方の表面につき  $10\ \mu\text{m}$ 以下とすることができる。これは、本発明による焼結体の反りやうねりが小さいために可能な値である。すなわち、本発明による焼結体は焼結工程（S 6 0 0）直後においても十分小さな反りやうねりの値を示すため、必要な平坦性（反りやうねり高さの値）を有する基板を得るための削り代を十分小さくすることができる。また、焼結体1の用途によってはこの研磨工程を省いても構わない。

一方、焼結工程（S 6 0 0）直後における反りやうねりが相対的に大きい焼結体においては、必要な平坦性を実現するため、予め基板の厚みを厚くした状態で焼結工程（S 6 0 0）を行ない、必要な平坦性を実現するために削り代を多くするといった手法をとる場合がある。このような場合、削り代が多くなることから製造に要する時間や材料コストなどが増大する。このような場合に比べて、本発明による窒化アルミニウム焼結体の製造方法では、製造コストを低減することができる。

また、研磨工程（S 7 0 0）においては、たとえば砥粒を含有した変形可能な円柱状や円盤状の回転体の円周部によって、焼結された基板の表面を研磨してもよい。回転体は、砥粒を保持できかつ変形可能であるものであればどのようなものを用いてもよい。たとえば、回転体として織布あるいは不織布、プラスチックフォーム（発泡プラスチックあるいはスポンジ）、ラバーフォーム（スポンジゴム）などを用いることができる。このような回転体を構成する物質は、従来の研磨砥石やバレル研磨の研磨剤と比較して圧力に対して極めて変形しやすいような物質である。また、回転体に保持する砥粒としては、従来から用いられているアルミナや炭化ケイ素などの砥粒を用いることができる。

このような研磨工程（S 7 0 0）を行なうことにより、基板1（図1参照）の表面粗さを  $R_a$  で  $1.0\ \mu\text{m}$ 以下とすることができる。また、好ましくは基板1の表面粗さは  $R_a$  で  $0.4\ \mu\text{m}$ 以下とする。このようにすれば、ヒータなどの基板として基板1（図1参照）を用いる場合に、基板1の表面上に形成される発熱体と基板1の表面との間の密着性を向上させることができる。

なお、図1に示した基板1をたとえばセラミックヒータの基板として用いるよ

うな場合、基板1は窒化アルミニウムに加えて、周期律表の2A族および3A族に含まれる元素またはその化合物を含んでいてもよい。また、基板1は、ケイ素元素換算で0.01wt%以上0.5wt%以下のケイ素またはケイ素化合物を含有していてもよい。この場合、基板1は、遷移元素のうちの少なくとも1種の元素またはその化合物を、当該元素換算で0.01wt%以上1wt%以下含有していてもよい。

また、上述した周期律表の2A族元素またはその化合物および3A族元素またはその化合物は、難焼結性物質である窒化アルミニウムの焼結を促進する焼結助剤として作用する。すなわち、これらの元素または化合物は、基板1（図1参照）の主原料である窒化アルミニウム粉末の粒子表面に存在する酸化物（アルミナ）と反応して液相を形成する。この液相が窒化アルミニウム粒子同士を結合させるので、結果的に窒化アルミニウムの焼結を促進させることになる。上述した元素または化合物の含有率は、通常の焼結助剤としての含有率であればよい。具体的には、上述した元素または化合物の含有率は、元素換算の合計で0.1wt%以上10wt%以下とすることが好ましい。

また、焼結体1の窒化アルミニウム粒子の粒径は、小さくすることが好ましい。このようにすれば、焼結体である基板1の表面において析出する助剤成分の分布が均一かつ密になる。この結果、基板1の表面上に発熱体および電極などを形成する場合、発熱体および電極と基板1の表面との密着性をより良好にすることができ。

一方、窒化アルミニウムの粒径が相対的に大きくなる場合、基板1の表面粗さが粗くなる。このため、たとえば発熱体が形成された基板1の表面とは反対側に位置する裏面を被加熱物に対向させて伝熱面とする場合、ヒータの電熱面（裏面）と被加熱物との間に局所的に大きな隙間が形成される場合がある。この結果、ヒータから被加熱物への伝熱効率が低下するといった問題が発生するおそれがある。

さらに、ヒータと被加熱物とが相互に摺動する場合、窒化アルミニウムの粒径が大きいと、基板1の表面から窒化アルミニウムの粒子が脱落する脱粒が発生しやすくなる。そして、このような脱落した粒子によって被加熱物に損傷が発生す

るおそれがある。このため、基板 1 を構成する窒化アルミニウム粒子の平均粒径としては  $4.0 \mu\text{m}$  以下とすることが好ましく、より好ましくは  $3.0 \mu\text{m}$  以下である。

ここで、基板 1 のような窒化アルミニウム焼結体における窒化アルミニウム粒子は、焼結温度が高いほど粒成長が進むことになり、その粒径が大きくなる。このため、窒化アルミニウムの粒径を小さくするためには、できるだけ焼結温度を低くすることが好ましい。このためには、原料準備工程 (S 1 0 0) (図 4 参照) において準備する焼結助剤として、短周期型の周期律表における 2 A 族の元素と 3 A 族の元素またはこれらの化合物を併用することにより、上述した液相の出現温度を低下させることが好ましい。この結果、焼結温度を低下させることができる。

この場合、すでに述べたように 2 A 族のカルシウム (Ca)、3 A 族のイットリウム (Y)、ネオジム (Nd) およびイッテルビウム (Yb) またはこれらの化合物を助剤として用いることが好ましい。特に、上述した元素を併用することが好ましい。これらの元素を含む焼結助剤を用いることによって、焼結工程 (S 6 0 0) (図 4 参照) における焼結温度を  $1800^\circ\text{C}$  以下とすることができる。この結果、形成される基板 1 (図 1 参照) における窒化アルミニウムの平均粒径を  $4.0 \mu\text{m}$  以下とすることができる。

(実施の形態 2)

図 1 1 は、本発明によるメタライズ基板を示す断面模式図である。図 1 1 を参照して、本発明によるメタライズ基板を説明する。

図 1 1 に示すように、メタライズ基板 1 2 は、窒化アルミニウムを主成分とする焼結体からなる窒化アルミニウム基板 1 (基板 1) と、この基板 1 の表面上に形成されたメタライズ層 1 3 とを備える。基板 1 は、図 1 に示した本発明による窒化アルミニウム焼結体 1 を用いることができる。メタライズ基板 1 2 の反りは  $0 \mu\text{m}/\text{mm}$  以上  $5 \mu\text{m}/\text{mm}$  以下である。なお、反りの定義は本発明の実施の形態 1 における基板 1 での反りと定義と同様である。

このように、図 1 に示した最大長さ ML (図 1 参照) が  $320 \text{mm}$  以上というような大型の基板 1 を用いてメタライズ基板 1 2 を形成することにより、このメ

(図 1 3 参照) に適用した場合、絶縁層 1 7 と窒化アルミニウム焼結体からなる基板 1 との良好な密着性を実現することができる。

また、上述した酸化物を適用した絶縁層 1 7 は、熱膨張係数が  $3.7 \sim 5.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  と窒化アルミニウム焼結体の熱膨張係数に比較的近い。このため、絶縁層 1 7 を形成する際に、基板 1 において発生する反りの大きさを小さくすることができる。

また、絶縁層 1 7 の組成が上述したような組成範囲内である場合には、発熱体 1 6 として銀または銀-鉛合金を主成分とする材料を用いた際、この発熱体 1 6 の焼成温度である  $800 \sim 900^\circ\text{C}$  よりも  $100^\circ\text{C}$  程度低い温度、すなわち  $700^\circ\text{C}$  前後の温度で絶縁層 1 7 を焼成することができる。このように比較的低温で絶縁層 1 7 を焼成することができるので、絶縁層 1 7 の焼成に伴って発熱体 1 6 に含まれるガラス成分と絶縁層 1 7 に含まれるガラス成分とが焼成工程において混じることに起因してメタライズ層である発熱体 1 6 上に発泡を生じるといった問題の発生を抑制できる。

また、図 1 2 および図 1 3 に示したヒータ 1 4 においては、基板 1 の表面に発熱体 1 6 が線状に形成されているが、発熱体を基板 1 の表面を覆うように面状の形態を有するように形成してもよい。この発熱体 1 6 としては、たとえば、銀、白金、パラジウム、ルテニウムなどの貴金属およびそれらの合金および化合物からなる群から選択された少なくとも 1 つを含む層あるいは上述の群から選ばれた金属の少なくとも 1 種を含む複合体を用いることができる。また、発熱体 1 6 を構成する材料として、ケイ素の炭化物、周期律表における 4 A 族～6 A 族に含まれる元素単体、ならびにこれらの各元素の炭化物、窒化物、ホウ化物、および珪化物からなる群から選択される少なくとも 1 種を含む複合体を用いてもよい。

また、図 1 2 および図 1 3 に示したヒータ 1 4 を構成する基板 1 の厚みは  $0.4 \text{ mm}$  以上  $2.0 \text{ mm}$  以下とすることが好ましい。また、基板 1 は、窒化アルミニウム焼結体からなり、この基板 1 における窒化アルミニウムの粒子の平均粒径は  $6.0 \mu\text{m}$  以下であることが好ましい。

また、図示していないが、ヒータ 1 4 の温度を制御する制御回路や制御素子は、発熱体 1 6 が形成された基板 1 の表面と同一の表面上に形成することが好ま

しい。また、ヒータ 14 の温度を検知する素子やこのヒータの温度を検知する素子を制御するための制御回路は、発熱体 16 が形成された基板 1 とは異なる別の基板上に形成され、その別の基板が発熱体 16 の直上に設けられていてもよい。

また、図 12 および図 13 に示したように、最大長さが 320 mm 以上の基板 1 の表面上に直接発熱体 16 や絶縁層 17 を形成した大面積のヒータ 14 を形成してもよいが、基板 1 を分割して 1 枚の大面積の基板 1 から複数のヒータを製造してもよい。

本発明によるヒータ 14 (図 12 参照) は、たとえば複写機やプリンタなどで用いられる紙などの転写材の表面に形成されたトナー画像を定着させるための加熱定着装置に適用することもできる。また、半導体デバイスや光デバイス等の各種固体、大気や種々のガスなどの各種気体および水や種々の溶液などの各種液体の加熱装置に適用することもできる。

## 実施例

### 15 (実施例 1)

本発明の効果を確認するため、以下に述べるように試料を準備し、各種測定を行なった。まず、表 1 に示すような成分を含む原料-1 ~ 原料-3 を準備した。

表 1

原料名	主原料 AlN	(wt%)					
		助剤 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	助剤 Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	助剤 Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	助剤 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	助剤 SiO <sub>2</sub>	助剤 CaO
原料-1	97.00	3.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
原料-2	96.80	0.00	0.90	1.00	0.90	0.20	0.20
原料-3	98.48	0.00	1.00	0.50	0.00	0.00	0.02

次に、上述の原料-1 ~ 原料-3 を用いて、本発明の実施の形態 1 において説明した製造方法により、後述する表 2 ~ 表 4 に示すように試料 No. 1 ~ 試料 No. 63 という 63 種類の試料を準備した。各試料については、そのサイズ (基板長さ、基板幅、基板厚み (厚み))、乾燥工程 (S400) (図 4 参照) における乾燥時間、焼結工程 (S600) (図 4 参照) における閉空間体積比率 (図

9に示した空間8の体積に対する成形体22の体積の比率)を、表2～表4に示すようにそれぞれ異なる値としている。なお、各試料についての他の製造条件は以下の通りである。

すなわち、原料準備工程(S100)(図4参照)として、上述のように表1  
5に示した原料-1～原料-3を準備する。次に、上記原料-1～原料-3の成分と溶媒などをそれぞれ混合する混合工程(S200)(図4参照)を実施する。そして、成形工程(S300)(図4参照)として、混合した原料から試料No. 1～試料No. 63となるべきシート状の成形体を作成する。なお、厚みが1mm未満の成形体についてはドクターブレード法により、また、厚みが1m  
10m以上の成形体については押出法により成形体を作製した。

次に、乾燥工程(S400)(図4参照)として、各試料となるべき成形体について、表2～表4に示した乾燥時間だけ自然乾燥を行なった。次に、各試料に対して、表2～表4に示した閉空間体積比率を満足するような凹部が形成された、図5に示すような窒化ホウ素(BN)製の治具を準備し、その治具にそれぞ  
15れ成形体を配置した。そして、脱バインダ工程(S500)(図4参照)として、加熱温度850℃、窒素雰囲気という条件で脱バインダ工程を行なった。なお、加熱温度としては400℃以上900℃以下という温度範囲の値を用いることができる。

次に、焼結工程(S600)(図4参照)として、脱バインダ工程(S50  
200)を行なった各成形体に対して、加熱温度1700℃、雰囲気圧力を常圧とし、雰囲気を窒素雰囲気として、10時間焼結を行なった。なお、焼結時間としては2時間以上30時間以下であればよい。

次に、研磨工程(S700)(図4参照)として、得られた焼結体の表面に研磨加工を施した。この研磨加工において除去された部分の厚み(削り代)は3μ  
25m以下であった。

そして、このようにして得られたそれぞれの試料について、反りおよびうねりを測定した。反りおよびうねりの測定方法は、本発明の実施の形態1において説明した方法を用いた。各試料のサイズおよび製造条件と、反りおよびうねりの測定結果を表2～表4に示す。

表 2

試料 No.	原料名	長さ (mm)	幅 (mm)	最大長さ (mm)	厚み (mm)	乾燥時間 (hr)	閉空間 体積比率(%)	反り ( $\mu$ m/mm)	うねり ( $\mu$ m)	割れの 有無
1	原料-1	409	95	420	0.6	20	50	0.17	26	無し
2		409	95	420	0.6	0.5	50	2.26	110	有り
3		409	95	420	0.6	2	50	1.9	71	無し
4		409	95	420	0.6	5	50	1.19	62	無し
5		409	95	420	0.6	15	50	0.48	35	無し
6		409	95	420	0.6	25	50	0.19	20	無し
7		409	95	420	0.6	20	5	2.19	96	有り
8		409	95	420	0.6	20	15	1.9	74	無し
9		409	95	420	0.6	20	90	2.02	76	有り
10		409	95	420	1.8	0.5	5	2.05	95	有り
11		409	95	420	1.2	0.5	5	2.21	103	有り
12		409	95	420	0.6	0.5	5	2.98	115	有り
13		409	95	420	1.8	0.5	90	2.02	78	有り
14		409	95	420	1.2	0.5	90	2.33	83	有り
15		409	95	420	0.6	0.5	90	2.64	94	有り
16		368	95	380	0.6	20	50	0.16	27	無し
17		337	95	350	0.6	20	50	0.14	26	無し
18		311	95	325	0.6	20	50	0.12	21	無し
19		368	95	380	0.6	20	5	2.21	78	有り
20		337	95	350	0.6	20	5	2.29	86	有り
21		311	95	325	0.6	20	5	2.06	94	有り

\*印は比較例を表わす。

表 3

試料 No.	原料名	長さ (mm)	幅 (mm)	最大長さ (mm)	厚み (mm)	乾燥時間 (hr)	閉空間 体積比率(%)	反り ( $\mu$ m/mm)	うねり ( $\mu$ m)	割れの 有無
22	原料-2	409	95	420	0.6	20	50	0.14	24	無し
23		409	95	420	0.6	0.5	50	2.24	115	有り
24		409	95	420	0.6	2	50	1.86	73	無し
25		409	95	420	0.6	5	50	1.07	58	無し
26		409	95	420	0.6	15	50	0.48	32	無し
27		409	95	420	0.6	25	50	0.21	21	無し
28		409	95	420	0.6	20	5	2.31	98	有り
29		409	95	420	0.6	20	15	1.86	62	無し
30		409	95	420	0.6	20	90	2.14	77	有り
31		409	95	420	1.8	0.5	5	2	100	有り
32		409	95	420	1.2	0.5	5	2.24	118	有り
33		409	95	420	0.6	0.5	5	3.24	130	有り
34		409	95	420	1.8	0.5	90	2.19	88	有り
35		409	95	420	1.2	0.5	90	2.52	93	有り
36		409	95	420	0.6	0.5	90	2.74	101	有り
37		368	95	380	0.6	20	50	0.13	25	無し
38		337	95	350	0.6	20	50	0.11	24	無し
39		311	95	325	0.6	20	50	0.12	19	無し
40		368	95	380	0.6	20	5	2.42	97	有り
41		337	95	350	0.6	20	5	2.4	83	有り
42		311	95	325	0.6	20	5	2.49	78	有り

\*印は比較例を表わす。



表 4

試料 No.	原料名	長さ (mm)	幅 (mm)	最大長さ (mm)	厚み (mm)	乾燥時間 (hr)	閉空間 体積比率(%)	反り ( $\mu$ m/mm)	うねり ( $\mu$ m)	割れの 有無
43	原料-3	409	95	420	0.6	20	50	0.17	20	無し
44		409	95	420	0.6	0.5	50	2.33	123	有り
45		409	95	420	0.6	2	50	1.98	72	無し
46		409	95	420	0.6	5	50	1.29	63	無し
47		409	95	420	0.6	15	50	0.67	27	無し
48		409	95	420	0.6	25	50	0.17	26	無し
49		409	95	420	0.6	20	5	2.38	79	有り
50		409	95	420	0.6	20	15	1.95	60	無し
51		409	95	420	0.6	20	90	2.19	76	有り
52		409	95	420	1.8	0.5	5	2.26	115	有り
53		409	95	420	1.2	0.5	5	2.69	122	有り
54		409	95	420	0.6	0.5	5	3.33	132	有り
55		409	95	420	1.8	0.5	90	2.21	100	有り
56		409	95	420	1.2	0.5	90	2.71	95	有り
57		409	95	420	0.6	0.5	90	2.9	86	有り
58		368	95	380	0.6	20	50	0.21	18	無し
59		337	95	350	0.6	20	50	0.2	17	無し
60		311	95	325	0.6	20	50	0.18	15	無し
61		368	95	380	0.6	20	5	2.42	94	有り
62		337	95	350	0.6	20	5	2.23	85	有り
63		311	95	325	0.6	20	5	2.09	78	有り

\*印は比較例を表わす。

\* \* \* \* \* \* \* \* \* \* \* \* \*

なお、表2～表4において、試料No.の前に示された\*印は、比較例の試料であることを示している。つまり、表2～表4において\*印の示されていない試料は本発明の実施例としての試料である。表2～表4からもわかるように、本発明の実施例としての試料においては、反りおよびうねりとも十分小さな値となっていることがわかる。

(実施例2)

表2～表4に示した試料No. 1～試料No. 63について、スクリーン印刷法を用いて各試料の表面に図12および図13に示したように電極部および発熱体を作製した。具体的には、電極部15a、15b（図12参照）となるべき部分には銀-白金（Ag-Pt）ペーストを、また発熱体16が形成されるべき領域には銀-パラジウム（Ag-Pd）ペーストを、それぞれ図14に示すようなスクリーン印刷法により配置した。

図14は、各試料（基板）の表面に発熱体および電極部を形成するために用いたスクリーン印刷法を説明するための断面模式図である。図14に示すように、架台18の上部表面上に各試料（基板1）を配置し、この基板1上にスクリーン19を配置する。このスクリーン19には発熱体や電極部などのパターンが形成されている。このスクリーン19上に電極部15a、15b（図12参照）や発熱体16（図12参照）などを構成するペーストを配置し、スキージ20を矢印21に示す方向に基板1側へと押圧しながら移動させる。この結果、スクリーン19を介して所定のパターンで基板1の表面にAg-PtペーストやAg-Pdペーストを配置することができる。そして、この後所定の熱処理を行なうことにより、基板1の表面に電極部15a、15bおよび発熱体16（図12参照）を形成することができる。

上述のようなスクリーン印刷法を行なった場合、試料（基板1）に反りやうねりが発生していると試料に割れが発生する。そのため、このスクリーン印刷法の実施に伴う試料の割れの発生を各試料について確認した。その結果を表2～表4の割れの有無の項目に示す。

表2～表4からもわかるように、試料（焼結体）の反りが $2\mu\text{m}/\text{mm}$ 以上あるいはうねりが $76\mu\text{m}$ 以上の試料については割れが発生したことが確認でき

た。そして、本発明の実施例としての試料についてはいずれも反りおよびうねりが十分小さいため、上述のスクリーン印刷法を行なった後においても割れの発生はなかった。

(実施例 3)

- 5 表 2～表 4 に示した試料のうち、試料 No. 1、22、43 について、その表面に電極部 15 a、15 b (図 12 参照) および発熱体 16 (図 12 参照) となるべきペーストをスクリーン印刷する前に、それぞれ熱伝導率を測定した。測定方法としてはレーザフラッシュ法を用いた。そして、上述した試料 No. 1、22、43 について、実施例 2 に示したようにその表面に Ag-Pt ペーストおよび Ag-Pd ペーストをスクリーン印刷法により所定のパターンで配置した。さらに、上述したペーストが配置された試料を大気中で 750℃以上 900℃以下の温度範囲で 2 時間焼成した。なお、焼成温度としては好ましくは 850℃である。このようにして、各試料の表面に電極部 15 a、15 b (図 12 参照) および発熱体 16 (図 12 参照) を形成した。
- 10 さらに、各試料の電極部 15 a、15 b および発熱体 16 が形成された表面上に保護層としての絶縁層 17 (図 13 参照) となるガラスをスクリーン印刷した。そして、このガラスがスクリーン印刷された各試料を大気雰囲気中で加熱温度 600℃以上 750℃という温度条件で 3 時間焼成した。なお、この場合の加熱温度としては好ましくは 700℃である。このようにして、図 13 に示すような
- 20 構造の試料を作製した。

- 次に、上述のようにして作製したヒータとしての試料の電極部 15 a、15 b (図 12 参照) にリード線をはんだ (半田) によって接合した。そして、リード線および電極部 15 a、15 b を介して発熱体 16 に所定の電流を供給することにより、発熱体 16 を発熱させた。このとき、電流の供給量は、ヒータとしての
- 25 試料の中心部が温度 150℃となるように設定した。このような条件において、電極部 15 a、15 b とリード線とのはんだ接合部においてははんだの軟化などが発生しているかどうかを確認した。その結果を表 5 に示す。

表 5

原料名	試料No.	熱伝導率 (W/m・K)	はんだ軟化・熔融
原料-1	1	180	一部熔融
原料-2	22	95	無し
原料-3	43	130	軟化

表 5 からわかるように、原料-1 および原料-3 を用いた試料 No. 1、4  
3 は、熱伝導率の値が相対的に大きくなっていたため、電極部とリード線との  
5 はんだ接合部において、軟化した部分や一部熔融した部分が確認された。一方、原  
料-2 を用いた試料 No. 22 は相対的に熱伝導率が低いため、電極部とリード  
線とのはんだによる接合部において軟化や熔融が発生していなかった。

今回開示された実施の形態はすべての点で例示であって制限的なものではない  
と考えられるべきである。本発明の範囲は上記した実施の形態および実施例では  
10 なくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲  
内でのすべての変更が含まれることが意図される。

#### 産業上の利用可能性

このように、本発明によれば、従来より大面積かつ厚みの薄い窒化アルミニウ  
ム焼結体であって、反りやうねり高さの小さいものを容易に得ることができる。  
15 そのため、このような本発明による窒化アルミニウム焼結体を電子部品などの基  
板として利用すれば、従来より大型の電子部品（たとえばヒータなど）を容易に  
製造することができる。

請求の範囲

1. (補正後) 焼結上がりで、最大長さが320mm以上、厚みが0mmを超え2mm以下、反りが $0\mu\text{m}/\text{mm}$ 以上 $1\mu\text{m}/\text{mm}$ 未満、局所的なうねり高さが $0\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下である窒化アルミニウム焼結体。
2. (削除)
3. (削除)
4. (削除)
5. (削除)
- 10 6. (削除)
7. (削除)
8. (削除)
9. (削除)
10. (削除)
- 15 11. (削除)
12. (削除)
13. (削除)
14. (削除)
15. (削除)
- 20 16. (削除)
17. (削除)
18. (削除)
19. (削除)
20. (削除)
- 25 21. (削除)
22. (削除)
23. (追加) 請求項1に記載の焼結体を一方の表面につき $10\mu\text{m}$ 以下の研磨代として研磨された、最大長さが320mm以上、厚みが0mmを超え2mm以下、反りが $0\mu\text{m}/\text{mm}$ 以上 $1\mu\text{m}/\text{mm}$ 未満、局所的なうねり高さが $0\mu\text{m}$

以上  $50\ \mu\text{m}$  以下である、窒化アルミニウム焼結体。

24. (追加) 焼結体の厚みが  $1\text{ mm}$  未満である請求項 1 又は請求項 23 に記載の窒化アルミニウム焼結体。

25. (追加) 熱伝導率が、 $85\text{ W/m}\cdot\text{K}$  以上  $105\text{ W/m}\cdot\text{K}$  以下である  
5 請求項 1 または請求項 23、24 に記載のヒータ基板用窒化アルミニウム焼結体。

26. (追加) 請求項 1 または請求項 23 から請求項 25 のいずれかに記載の窒化アルミニウム焼結体の板状基板と、該基板の少なくとも一部に形成された導電性のメタライズ層とを備えるメタライズ基板。

10 27. (追加) 最大長さが  $320\text{ mm}$  以上、厚みが  $0\text{ mm}$  を超え  $2\text{ mm}$  以下、局所的なうねり高さが  $0\ \mu\text{m}$  以上  $50\ \mu\text{m}$  以下である窒化アルミニウム焼結体を含む基板と、該基板の表面の少なくとも一部に形成された導電性のメタライズ層とを備え、反りが  $0\ \mu\text{m/mm}$  以上  $5\ \mu\text{m/mm}$  以下であるメタライズ基板。

15 28. (追加) 請求項 26 または 27 に記載のメタライズ基板と、前記メタライズ層上に配置され、該メタライズ層と接続された電極部と、該メタライズ層上に配置された絶縁層とを備えるヒータ。

20 29. (追加) バインダと主原料である窒化アルミニウムとを含む原料を準備する工程と、該原料を用いてシート状の成形体を形成する工程と、該成形体を 10 時間以上自然乾燥する乾燥工程と、該乾燥工程を経た成形体から前記バインダを除去する工程と、該バインダが除去された成形体を、窒化硼素を主成分とする治具により囲まれた空間内に、該成形体の該空間に対する体積比が  $20\%$  以上  $60\%$  以下の範囲内になるような状態で配置し、焼結する焼結工程とを含む窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

25 30. (追加) 前記焼結工程は、窒化硼素を主成分とする治具により囲まれた空間内に、1 つずつ前記成形体を配置した状態で、該成形体を焼結する請求項 29 に記載の窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

31. (追加) 前記治具は、平板状の基体の上面に、前記成形体を配置するための凹部が形成されたものであり、前記焼結工程は、複数の該治具を積層した積層体の状態で、焼結を行なう請求項 29 または 30 に記載の窒化アルミニウム焼

## 結体の製造方法。

32. (追加) 前記焼結工程は、前記積層体を金属製のケースの内部に収納した状態で焼結を行なう請求項31に記載の窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

33. (追加) 最大長さが320 mm以上、厚みが0 mmを超え2 mm以下の

- 5 窒化アルミニウム焼結体を製造するための焼結工程において用いる治具であつて、窒化硼素を含み、表面に前記成形体を配置する凹部が形成された平板状の基体を備え、該凹部の体積に対する該成形体の体積の割合が、20%以上60%以下となるように、該凹部の寸法が決定されている治具。